

NORME
INTERNATIONALE

ISO
3632-2

Première édition
1993-12-15

Safran (*Crocus sativus* Linnaeus) —

Partie 2:
Méthodes d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
Saffron (*Crocus sativus* Linnaeus) —

Part 2: Test methods

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6951832-7a97-4149-8183-d300e86e1a02/iso-3632-2-1993>



Numéro de référence
ISO 3632-2:1993(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3632-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 7, *Épices*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6951832-7a97-4149-9000-000000000000/iso-3632-2-1993>

Cette première édition de l'ISO 3632-2, conjointement avec l'ISO 3632-1, annule et remplace l'ISO 3632:1980, dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 3632 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Safran (Crocus sativus Linnaeus)*:

- *Partie 1: Spécifications*
- *Partie 2: Méthodes d'essai*

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

Le safran étant une épice coûteuse, les méthodes générales d'analyse des épices ne sont pas toujours adaptées, car elles nécessitent l'utilisation de prises d'essais importantes. C'est la raison pour laquelle il a été décidé de regrouper dans la présente partie de l'ISO 3632 les méthodes d'analyse spécifiques au safran, lorsque les normes générales ne pouvaient être utilisées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3632-2:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6951832-7a97-4149-8183-d300e86e1a02/iso-3632-2-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6951832-7a97-4149-8183-d300e86e1a02/iso-3632-2-1993>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3632-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6951832-7a97-4149-8183-d300e86e1a02/iso-3632-2-1993>

Safran (*Crocus sativus* Linnaeus) —

Partie 2: Méthodes d'essai

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3632 prescrit les méthodes appropriées pour l'analyse du safran obtenu à partir des fleurs de *Crocus sativus* Linnaeus.

Elle est applicable à l'analyse du safran présenté sous l'une des formes suivantes:

- soit en filaments entiers sous forme d'une masse de filaments lâche, souple, élastique et hygroscopique;
- soit en poudre.

NOTE 1 Les spécifications du safran sont données dans l'ISO 3632-1.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 3632. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 3632 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 928:1980, *Épices — Détermination des cendres totales.*

ISO 930:1980, *Épices — Détermination des cendres insolubles dans l'acide.*

ISO 3632-1:1993, *Safran (Crocus sativus Linnaeus) — Partie 1: Spécifications.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 3632, les définitions données dans l'ISO 3632-1 et les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 teneur en eau et matières volatiles: Perte de masse déterminée dans les conditions décrites et exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon.

3.2 pouvoir colorant: Principalement dû au contenu en crocine, il se définit par la mesure de la densité optique au maximum, vers 440 nm.

3.3 saveur amère: Principalement due au contenu en picrocrocine, elle se définit par la mesure de la densité optique au maximum, vers 257 nm.

3.4 flaveur: Principalement due au contenu en safranal, elle se définit par la mesure de la densité optique au maximum, vers 330 nm.

4 Préparation de l'échantillon pour essai et ordre des essais

4.1 Masse minimale de l'échantillon pour essai

IMPORTANT — En raison du prix élevé du safran, la masse d'échantillon reçue dans les laboratoires pour réaliser les analyses est souvent restreinte.

La masse minimale de l'échantillon pour laboratoire doit être de 10 g (5 g × 2) afin de réaliser l'ensemble des analyses courantes en double.

Des quantités supérieures d'échantillon doivent être mises à disposition des laboratoires en cas de litige,

ou si l'on doit réaliser les analyses complémentaires (par exemple, azote, cellulose).

4.2 Mode opératoire

4.2.1 Safran en filaments

Réaliser, **dans l'ordre indiqué**, les vérifications et analyses, selon le schéma donné au tableau 1.

4.2.2 Safran en poudre

Réaliser, **dans l'ordre indiqué**, les vérifications et analyses, selon le schéma donné au tableau 2.

Tableau 1 — Safran en filaments: ordre des modes opératoires

Ordre	Mode opératoire (échantillon: 5 g × 2 = 10 g)	Prise d'essai g	Commentaires
1	Essai d'identification (article 5)	5	Essai non destructif Échantillon rejeté si présence d'éléments végétaux autres que ceux du <i>Crocus sativus</i> Linnaeus
2	Détermination des restes floraux (article 6)	3	Essai non destructif
3	Détermination des matières étrangères (article 7)	3	Échantillon reconstitué après reincorporation des restes floraux séparés précédemment
4	Regroupement et mélange de tous les éléments séparés lors de ces déterminations (articles 5 à 7)	5	Retour à l'échantillon pour essai initial de 5 g
5	Séparation de l'échantillon pour essai reconstitué: échantillon A (3 g) et échantillon B (2 g)		
Échantillon A (3 g)			
6A	Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (article 9)	2,5	Conserver l'échantillon pour la détermination des cendres totales et des cendres insolubles dans l'acide
7A	Détermination de la teneur en cendres totales (article 10)	2 (approx.)	Échantillon restant après 6A
8A	Détermination de la teneur en cendres insolubles dans l'acide (article 11)		Échantillon restant après 7A
Échantillon B (2 g)			
6B	Broyage et tamisage (article 12)	2	Effectuer le broyage conformément à l'article 12, de manière à obtenir une poudre passant à 95 % au travers d'un tamis de 500 µm d'ouverture de maille
7B	Détermination des principes caractéristiques (article 13)	0,5	
8B	Chromatographie sur couche mince (article 14)	0,05	
NOTE — Il reste 0,5 g d'échantillon A et 1,45 g d'échantillon B qui peuvent servir à d'autres déterminations ou à refaire certaines analyses en cas d'incidents.			

Tableau 2 — Safran en poudre: ordre des modes opératoires

Ordre	Mode opératoire (échantillon: 5 g × 2 = 10 g)	Prise d'essai g	Commentaires
1	Essai d'identification (article 5)	0,5	Ne pas poursuivre l'analyse si la réaction colorimétrique n'est pas correcte
2	Examen microscopique (article 8)	0,01 à 0,02	
3	Séparation de l'échantillon restant (4,48 g) en échantillon A (2,5 g) et échantillon B (1,98 g)		
Échantillon A (2,5 g)			
4A	Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (article 9)	2,5	Conserver l'échantillon pour la détermination des cendres totales et des cendres insolubles dans l'acide
5A	Détermination de la teneur en cendres totales (article 10)	2 (approx.)	Échantillon restant après 4A
6A	Détermination de la teneur en cendres insolubles dans l'acide (article 11)		Échantillon restant après 5A
Échantillon B (1,98 g)			
4B	Tamissage Rebroyage éventuel si la poudre est > 500 µm (article 12)	1,98	Vérifier que 95 % de la poudre passe au travers d'un tamis de 500 µm d'ouverture de maille
5B	Détermination des principales caractéristiques (article 13)	0,5	
6B	Chromatographie sur couche mince (article 14)	0,05	
NOTE — Il reste 0,5 g d'échantillon A et 1,43 g d'échantillon B qui peuvent servir à d'autres déterminations ou à refaire certaines analyses en cas d'incidents.			

5 Essai d'identification

5.1 Généralités

Cet essai préliminaire peut éviter de réaliser les analyses chimiques suivantes s'il apparaît qu'il ne s'agit pas de safran pur.

5.2 Safran en filaments

5.2.1 Principe

Examen visuel à la loupe binoculaire.

5.2.2 Appareillage

5.2.2.1 Loupe binoculaire, d'un grossissement maximum de ×10.

5.2.3 Mode opératoire

Étaler l'échantillon pour essai de safran en filaments et l'examiner à la loupe binoculaire (5.2.2.1).

5.2.4 Interprétation des résultats

Tous les filaments doivent appartenir à la plante de *Crocus sativus* Linnaeus.

Rejeter l'échantillon s'il y a présence de matière végétale autre que celle appartenant au *Crocus sativus* Linnaeus.

5.3 Safran en poudre

5.3.1 Principe

Utilisation d'une réaction colorimétrique.

5.3.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté équivalente.

5.3.2.1 Acide sulfurique, $\rho = 1,19$ g/l.

5.3.2.2 Diphénylamine, ne produisant aucune réaction colorée avec l'acide sulfurique.

5.3.2.3 Solution de diphénylamine, préparée comme suit:

Mélanger 0,1 g de diphénylamine (5.3.2.2) à 20 ml d'acide sulfurique (5.3.2.1) et 4 ml d'eau.

5.3.3 Appareillage

5.3.3.1 Capsule en porcelaine, à fond plat.

5.4 Mode opératoire

Prélever à partir de l'échantillon B (voir tableau 2) 0,5 g de safran.

Placer cette prise d'essai dans la capsule en porcelaine (5.3.3.1) contenant la solution de diphénylamine (5.3.2.3).

5.4.1 Interprétation des résultats

Le safran pur produit immédiatement une couleur bleue qui tourne rapidement au rouge-brun.

La couleur bleue doit persister en présence de nitrates.

6 Détermination de la teneur en restes floraux dans le safran en filaments

6.1 Principe

Séparation physique des restes floraux présents dans une prise d'essai et pesée.

6.2 Appareillage

6.2.1 Verre de montre.

6.2.2 Petite pince de laboratoire.

6.2.3 Balance analytique, précise à 0,01 g près.

6.3 Mode opératoire

6.3.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 3 g d'échantillon pour essai.

NOTE 2 En raison de la faible masse de la prise d'essai, il est souhaitable que le prélèvement résulte d'un échantillon homogénéisé.

6.3.2 Détermination

Étaler le produit sur une feuille de papier gris neutre. À l'aide de la petite pince (6.2.2), séparer tous les filaments jaunes attachés ou libres, et autres restes floraux qui peuvent s'y trouver.

Peser, à 0,01 g près, sur la balance analytique (6.2.3), le verre de montre (6.2.1) préalablement séché.

Transférer les restes floraux séparés sur le verre de montre pesé et séché et peser l'ensemble à 0,01 g près.

6.4 Expression des résultats

La teneur en restes floraux de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$(m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, du verre de montre;

m_2 est la masse, en grammes, du verre de montre contenant les restes floraux.

7 Détermination de la teneur en matières étrangères dans le safran en filaments

7.1 Principe

Séparation physique des matières étrangères présentes dans une prise d'essai et pesée.

7.2 Appareillage

Même appareillage que celui spécifié à l'article 6.

7.3 Mode opératoire

7.3.1 Prise d'essai

NOTE 3 En raison de la faible masse de la prise d'essai, il est souhaitable que le prélèvement résulte d'un échantillon homogénéisé.

Reconstituer l'échantillon pour essai (environ 3 g) en réincorporant les restes floraux séparés précédemment et déterminés selon l'article 6. Bien homogénéiser, puis peser l'échantillon à 0,01 g près sur la balance analytique.

7.3.2 Détermination

Étaler le produit sur une feuille de papier gris neutre. À l'aide de la petite pince ou de tout autre moyen approprié, séparer les matières étrangères de la prise d'essai.

Peser, à 0,01 g près, sur la balance analytique, le verre de montre préalablement séché.

Transférer les matières étrangères séparées sur le verre de montre et peser l'ensemble à 0,01 g près.

7.4 Expression des résultats

La teneur en matières étrangères de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$(m_3 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, du verre de montre;

m_3 est la masse, en grammes, du verre de montre contenant les matières étrangères.

8 Observation au microscope du safran en poudre

8.1 Généralités

La méthode est applicable à l'examen du safran en poudre afin de déterminer si la poudre est constituée exclusivement des éléments végétaux appartenant au *Crocus sativus* Linnaeus.

8.2 Principe

Vérification de l'identité et de la pureté de la poudre de safran et recherche des éléments anatomiques caractéristiques par observation microscopique, selon les conditions décrites en 8.5. Examen de l'échantillon dans l'eau distillée, dans une solution d'hydroxyde de sodium ou de potassium et dans une solution aqueuse iodo-iodurée.

8.3 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté équivalente.

8.3.1 Solution iodo-iodurée, solution aqueuse d'iode dans l'iodure de potassium.

Dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml munie d'un bouchon en verre, introduire 2 g d'iode, 4 g d'iodure de potassium et environ 10 ml d'eau. Laisser la dissolution s'effectuer et compléter au trait repère avec de l'eau. Boucher la fiole.

8.3.2 Hydroxyde de sodium ou hydroxyde de potassium, solution aqueuse à 5 % (m/m).

8.4 Appareillage

Matériel courant utilisé pour les examens microscopiques, tels que lames, lamelles, scalpel, aiguilles lancéolées, etc., et notamment,

8.4.1 Microscope, permettant l'observation sous un grossissement de $\times 100$ à $\times 400$.

8.5 Mode opératoire

8.5.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de l'ordre de 0,001 g à 0,002 g, mais la quantité peut varier en fonction de l'échantillon à analyser. Si les éléments caractéris-

tiques sont rares, il est recommandé de monter (de préparer) plusieurs lames.

8.5.2 Préparation pour l'observation dans l'eau

Cette observation permet de voir tous les éléments de la poudre.

Sur une lame porte-objet, déposer une goutte d'eau. Avec la pointe d'un scalpel ou d'une aiguille lancéolée, prélever la prise d'essai (8.5.1) et la délayer dans l'eau placée sur la lame jusqu'à ce que la poudre soit bien mouillée. Recouvrir d'une lamelle en appuyant légèrement.

NOTE 4 La quantité d'eau à déposer doit permettre de bien mouiller toute la poudre, mais ne doit pas être excessives et sortir de la lamelle.

8.5.3 Préparation pour l'observation dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium

Cette observation permet d'éclaircir les préparations en détruisant totalement ou partiellement la majeure partie du contenu cellulaire et notamment l'amidon. Les éléments cellulaires sont ainsi plus nets et plus faciles à observer, surtout les éléments scléreux, les vaisseaux, les fibres et les épidermes. Les éléments minéraux ne sont pas altérés.

Opérer comme indiqué en 8.5.2, mais en remplaçant l'eau distillée par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ou de potassium à 5 % (8.3.2).

Attendre quelques minutes pour éclaircir le milieu.

8.5.4 Préparation pour l'observation dans une solution aqueuse iodo-iodurée

Cette observation permet de voir les grains d'amidon qui se colorent en bleu noir ou violet noir.

Opérer comme indiqué en 8.5.2, mais en remplaçant l'eau distillée par une solution aqueuse iodo-iodurée (8.3.1).

8.5.5 Observation

Placer chacune des lames préparées selon 8.5.2 à 8.5.4 sous le microscope (8.4.1) à un grossissement pouvant aller de $\times 100$ à $\times 400$, et procéder à l'observation de la structure anatomique du safran (voir 8.6).

NOTE 5 Ce n'est qu'à la faveur de petits détails de structure, ou même par comparaison de leurs dimensions respectives, que l'on pourra déterminer avec certitude l'origine de tel ou tel tissu.

8.6 Structure anatomique du safran

8.6.1 Section transversale pratiquée dans un stigmate (voir figure 1)

La section présente les parties suivantes:

- un parenchyme, formé de cellules polygonales ou arrondies sur leurs angles, à parois peu épaisses;
- des faisceaux vasculaires, à section arrondie;
- un épiderme, composé d'une rangée de cellules tabulaires légèrement allongées perpendiculairement à la surface du stigmate et recouvertes d'une cuticule peu épaisse. Certaines cellules épidermiques sont garnies sur le milieu de leur paroi extérieure d'une petite papille.

8.6.2 Caractères de la poudre de safran

Les caractères microscopiques essentiels sont les suivants:

- fragments de l'extrémité supérieure des stigmates garnis de grosses papilles allongées en forme de poil pouvant atteindre $150 \mu\text{m}$ de longueur (voir figure 2);
- débris épidermiques de stigmates garnis de petites papilles arrondies (voir figure 3);
- grains de pollen arrondis de gros diamètre ($85 \mu\text{m}$ à $100 \mu\text{m}$) à membrane épaisse et lisse et avec une exine finement criblée (voir figure 4);

On peut observer, en outre (voir figure 5)

- des débris parenchymateux;
- des débris d'épiderme du style qui est constitué par de longues cellules à parois minces et légèrement sinueuses;
- des débris des faisceaux vasculaires minces.

IMPORTANT — La poudre de safran ne présente ni cellules scléreuses, ni fibres, ni poils tecteurs, ni grains d'amidon. Le contenu des cellules se dissout dans l'eau en la colorant en jaune orangé.

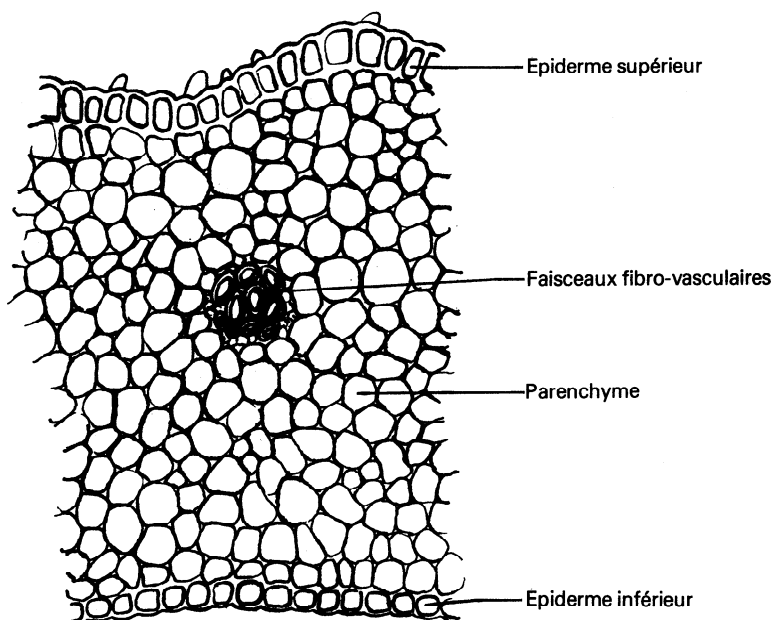


Figure 1 — Section transversale du stigmate du safran

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3632-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6951832-7a97-4149-8183-3366e1021263/iso-3632-2-1993>

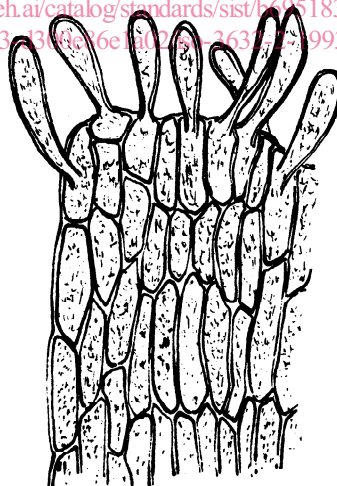


Figure 2 — Extrémité supérieure du stigmate du safran